

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) RU (11) **2 473 925** (13) C1

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
(51) МПК
[G01T 1/11 \(2006.01\)](#)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

Статус: не действует (последнее изменение статуса: 08.08.2016)

(21)(22) Заявка: [2011132176/28](#), 29.07.2011(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
29.07.2011

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 29.07.2011

(45) Опубликовано: [27.01.2013](#) Бюл. № 3

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2378666 C1, 10.01.2010. RU
2282212 C1, 20.08.2006. RU 2284044 C1,
20.09.2006. EP 2219048 A2, 18.08.2010. US
7053375 B2, 30.05.2006.

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, К-2, ул. Мира, 19,
УрФУ, Центр интеллектуальной
собственности

(72) Автор(ы):

Вайнштейн Илья Александрович (RU),
Спиридонов Дмитрий Михайлович (RU),
Вохминцев Александр Сергеевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

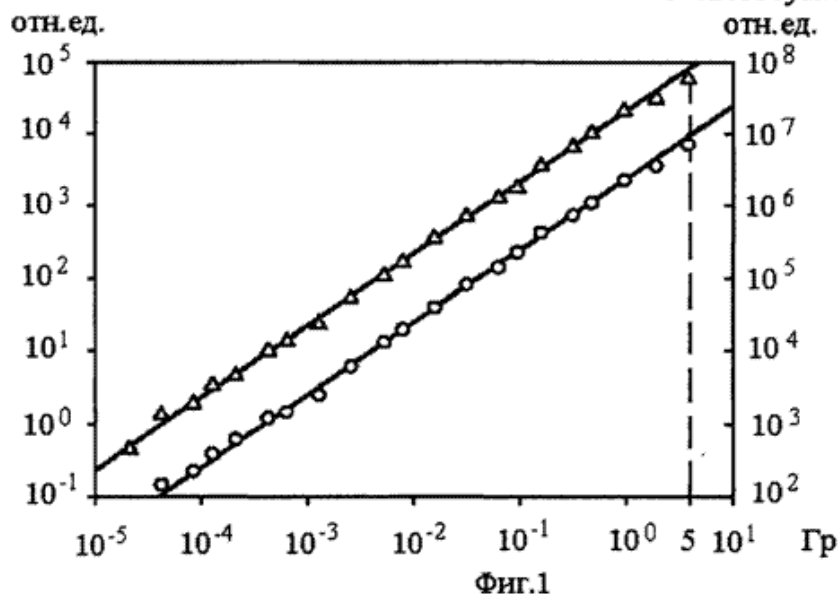
Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования
"Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н.
Ельцина" (RU)

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОГЛОЩЕННОЙ ДОЗЫ β -ИЗЛУЧЕНИЯ В ТВЕРДОТЕЛЬНОМ ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНТНОМ ДЕТЕКТОРЕ

(57) Реферат:

Изобретение относится к радиационной физике, является способом оценки накопленной дозы ионизирующего β -излучения с использованием твердотельных термолюминесцентных детекторов и может быть использовано при персональной дозиметрии при мониторинге радиационной обстановки в различных условиях. Сущность изобретения заключается в том, что способ включает нагрев указанного детектора от комнатной температуры с одновременным измерением в процессе нагрева интенсивности термолюминесцентного свечения и последующей оценкой поглощенной дозы по параметрам полученной кривой термовысвечивания, при этом в качестве твердотельного термолюминесцентного детектора использован монокристаллический нитрид алюминия AlN, нагрев детектора ведут до температуры не менее 400°C, а измерение интенсивности термолюминесцентного свечения осуществляют только в пределах диапазона длин волн от 340 до 380 нм. Технический результат - расширение диапазона линейности дозовой зависимости, повышение точности оценки поглощенной дозы β -излучения, расширение области использования способа, расширение арсенала способов определения поглощенной дозы

ионизирующего β -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе. 1 табл., 3 ил. Δ интенсивность \circ светосумма



Изобретение относится к радиационной физике, а именно к способам оценки накопленной дозы ионизирующего β -излучения с использованием твердотельных термолюминесцентных детекторов, и может быть использовано при персональной и клинической дозиметрии, при мониторинге радиационной обстановки в различных условиях.

Регистрацию и измерение поглощенной дозы излучений различных видов осуществляют с использованием твердотельных термолюминесцентных детекторов, изготовленных из различных материалов, таких как фторид лития LiF; фторид кальция CaF₂, оксид алюминия Al₂O₃, сульфат кальция CaSO₄:Dy; ведутся исследования по созданию радиационно-чувствительных сред на базе веществ разных классов, в частности широкозонных оксидных материалов (BeO, MgO, SiO₂) [В.С.Кортов, И.И.Мильман, С.В.Никифоров, Твердотельная дозиметрия, Известия ТПУ, 2000, Т.303, вып.2, с.35-45].

Однако существует потребность в применении твердотельных детекторов, обладающих повышенной тканеэквивалентностью и лучшей пригодностью для использования в персональной дозиметрии, в том числе при оценке поглощенной дозы β -излучения при работе с радиоактивными материалами и в космических условиях.

Известен такой материал, как нитрид алюминия AlN - прямозонный материал с большой шириной запрещенной зоны [L.I.Berger, Semiconductor materials, CRC Press, 1997, pp.123-124]. Это термостойкий, кислотоупорный материал, в поликристаллической форме пригодный к применению в высокотемпературных полупроводниковых устройствах.

Вследствие уникального сочетания физических и электрических характеристик: высокой теплопроводности, хороших электроизоляционных свойств, умеренного коэффициента теплового расширения при относительно невысокой стоимости, нитрид алюминия находит применение как конструкционный керамический материал при изготовлении корпусов и подложек интегральных схем, мощных транзисторов, поглотителей и оконечных нагрузок, в том числе в космической технике [В.И.Костенко, В.С.Серегин, Л.А.Грошкова, А.И.Василевич, Современные информационные и конструкторские технологии, 2003, <http://www.iki.rssi.ru/seminar/tarusa200406/3-19.pdf>].

Изучение спектров отражения и возбуждения синей люминесценции кристаллов AlN в области энергий 3÷40 эВ показало возможность использования кристаллического нитрида алюминия в оптоэлектронике в качестве светодиодов в ультрафиолетовой области спектра [Michailin V.V., Oranovskii V.E., Pacesova S., Pastrnak J., Salamatov A.S., Physica Status Solidi (b) 58 (1973) K51].

Сообщается [Radiation Measurements, Volume 33, Issue 5, October 2001, Pages 731-735], что керамический материал в виде нитрида алюминия, допированного окисью иттрия (AlN-Y₂O₃), при облучении ультрафиолетом и определении поглощенной дозы термолюминесцентным способом имеет линейную дозовую зависимость. Обсуждена возможность использования керамического AlN-Y₂O₃ для дозиметрии

ультрафиолетового излучения. Однако при этом не было выполнено систематических исследований возможности измерения поглощенной дозы бета-излучения. Нитрид алюминия с иттрием обладает пониженной тканеэквивалентностью к излучениям. Указанные результаты, связанные с облучением допированного окисью иттрия керамического нитрида алюминия светом ультрафиолетового диапазона, не могут быть приложены к беспримесному нитриду алюминия и к материалам, облученным корпускулярными излучениями, в частности β -излучением.

Известен способ определения поглощенной дозы β -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе на основе анион-дефектного монокристалла оксида алюминия (ТЛД-500К), включающий нагрев указанного детектора со скоростями $0,25 \div 20$ К/с в диапазоне температур от 303 К до 473 К ($30 \div 200^\circ\text{C}$) с одновременным измерением в процессе нагрева интенсивности термолюминесцентного свечения в широкой области спектра (от 300 до 800 нм, весь видимый спектр) и последующей оценкой поглощенной дозы по параметрам полученной кривой термовысвечивания: либо по значению светосуммы, либо по интенсивности пика указанной кривой [И.И.Мильман, С.В.Никифоров, В.С.Кортов, А.К.Кильметов, Контроль качества детекторов излучения для радиационной дефектоскопии, Дефектоскопия, 1996, №112, стр.64-70].

Недостатком такого способа является наличие нелинейности (сверхлинейности) дозовой зависимости при величинах поглощенной дозы более $0,192 \div 0,32$ Гр.

Прототипом предложенного способа является способ определения поглощенной дозы β -излучения в термолюминесцентном детекторе на основе анион-дефектного монокристалла оксида алюминия, включающий нагрев указанного детектора от комнатной температуры до 300°C с одновременным измерением в процессе нагрева интенсивности термолюминесцентного свечения в области видимого спектра, в пределах диапазона длин волн от 500 до 570 нм, и последующей оценкой поглощенной дозы по параметрам полученной кривой термовысвечивания [патент РФ 2378665].

Способ-прототип обеспечивает линейность дозовой зависимости при величинах поглощенной дозы до 1 Гр. Недостатками способа являются ограниченность диапазона линейности дозовой зависимости, снижение точности определения (оценки) поглощенной дозы при значениях, превышающих 1 Гр, и зависимость параметров термолюминесцентных пиков от величины дозы и условий предварительной фототермической обработки материала [I.I.Milman, V.S.Kortov, S.V.Nikiforov, Radiation Measurements, 1998, Vol.29, No3-4, pp.401-410]. Ограничивается область использования способа при повышенных значениях поглощенных доз.

Задачей изобретения является расширение диапазона линейности дозовой зависимости и соответствующее повышение точности оценки поглощенной дозы β -излучения, снижение зависимости параметров термолюминесцентных пиков от величины дозы и условий предварительной фототермической обработки материала, расширение области использования способа, расширение арсенала способов определения поглощенной дозы ионизирующего β -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе.

Для решения поставленной задачи способ определения поглощенной дозы ионизирующего β -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе, включающий нагрев указанного детектора от комнатной температуры с одновременным измерением в процессе нагрева интенсивности термолюминесцентного свечения и последующей оценкой поглощенной дозы по параметрам полученной кривой термовысвечивания, отличается тем, что в качестве твердотельного термолюминесцентного детектора использован монокристаллический нитрид алюминия AlN, нагрев детектора ведут до температуры не менее 400°C , а измерение интенсивности термолюминесцентного свечения осуществляют только в пределах диапазона длин волн от 340 до 380 нм.

Технический результат изобретения - увеличение верхнего значения линейного диапазона дозовой зависимости до 5 Гр (фиг.1) при измерении поглощенной дозы ионизирующего β -излучения. Это обеспечивается реализацией совокупности отличительных и ограничительных признаков способа, в частности использованием в качестве твердотельного детектора монокристалла нитрида алюминия, проведением нагрева детектора в диапазоне температур от 20°C до 400 и более $^\circ\text{C}$, измерением интенсивности термолюминесцентного свечения только в пределах диапазона длин волн $340 \div 380$ нм. Обеспечивается увеличение верхней границы линейного диапазона дозовой зависимости от 1 Гр до 5 Гр, то есть в 5 раз в сравнении с прототипом. Снижается зависимость положения максимумов термолюминесцентных пиков от

величины дозы. Условия предварительной фототермической обработки материала детектора слабо влияют на его чувствительность.

Предложенный способ расширяет арсенал известных ранее способов измерения поглощенной дозы ионизирующего β -излучения, обеспечивает повышение точности оценки поглощенной дозы в диапазоне доз от 10^{-5} до 5 Гр и расширяет область применения способа в сторону измерений увеличенных значений поглощенной дозы.

При измерении интенсивности термолюминесцентного свечения на длинах волн менее 340 нм существенно снижается верхнее значение линейного диапазона дозовой зависимости. При увеличении длины волны более 380 нм регистрируются составляющие термолюминесцентного свечения детектора, вносящие погрешности в оценку поглощенной дозы и существенно уменьшающие точность такой оценки. Эти составляющие обусловлены неконтролируемыми примесями материала термолюминесцентного детектора, тепловым фоном и влиянием глубоко расположенных ловушек монокристалла нитрида алюминия.

Описанная связь между отличительными признаками предложенного изобретения и новым техническим результатом экспериментально выявлена авторами изобретения.

Изобретение поясняется чертежами:

фиг.1 - полученные авторами дозовые зависимости с линейностью, имеющей место при значениях поглощенной дозы до 5 Гр; на этой фигуре изображены полученные для монокристаллического нитрида алюминия способом термостимуляции зависимости интенсивности излучения и светосуммы от поглощенной дозы; по горизонтальной оси отложены значения поглощенной дозы (Гр); по левой вертикальной оси отложены значения интенсивности излучения в относительных единицах (отн. ед.), по правой вертикальной оси - значения светосуммы (отн. ед.);

фиг.2 - блок-схема устройства для определения поглощенной дозы β -излучения в термолюминесцентном детекторе на основе монокристалла нитрида алюминия;

фиг.3 - полученные авторами зависимости интенсивности термолюминесценции от температуры нагрева при двух значениях поглощенной дозы (1,92 и 3,84 Гр); по горизонтальной оси отложены значения температуры ($^{\circ}\text{C}$), по вертикальной оси - значения интенсивности термолюминесценции в относительных единицах (отн. ед.).

Устройство для определения поглощенной дозы β -излучения (фиг.2) включает твердотельный термолюминесцентный детектор 1 на основе монокристалла нитрида алюминия AlN, блок 2 нагрева указанного детектора 1 и блок 3 регистрации термолюминесцентного свечения этого же детектора 1. Выход 4 блока 3 регистрации термолюминесцентного свечения соединен со входом 5 блока 6 оценки поглощенной дозы. Между упомянутым блоком 3 регистрации и термолюминесцентным детектором 1 на пути распространения свечения 7 этого детектора расположен блок 8 выделения длин волн регистрируемого термолюминесцентного свечения, обозначенный на фиг.3 как фильтр. Блок 8 выделения длин волн регистрируемого термолюминесцентного свечения выполнен с характеристиками, обеспечивающими функцию выделения длин волн только в пределах диапазона от 340 до 380 нм (свечение 9).

Блок 2 нагрева включает нагревательный столик, на котором размещен детектор 1, и устройство регулировки мощности нагрева (на чертеже не показаны).

Детектор 1 представляет собой образец монокристаллического нитрида алюминия, имеющего вюрцитный тип решетки, удельное сопротивление $10^{11} \div 10^{13}$ Ом·см, теплопроводность 3,2 Вт/(см·К), близкие к нитриду галлия значения параметров кристаллической ячейки и коэффициента термического расширения, а также плотность дислокаций менее 10^3 см $^{-2}$.

Блок 8 выделения длин волн регистрируемого термолюминесцентного свечения 7 представляет собой фильтр из оптического стекла (например, типа УФС-8), осуществляющий функцию выделения (пропускания через себя) длин волн термолюминесцентного свечения в диапазоне 340÷380 нм (свечение 9). В качестве блока 8 может быть использован соответствующий интерференционный фильтр.

Блок 3 регистрации термолюминесцентного свечения 9 представляет собой фотозлектронный умножитель, например, типа ФЭУ-39А с усилителем и преобразователем сигнала (на чертеже не показаны).

Блок 6 оценки поглощенной дозы представляет собой (на чертеже не показано) микропроцессор или персональный компьютер (ЭВМ) с интерфейсом принятия сигнала от блока 3 регистрации термолюминесцентного свечения детектора 1. Блок 6 осуществляет функции задания значений температуры детектора 1, определения значений интенсивности термолюминесцентного свечения 9 при заданных значениях температуры, построения кривой термовысвечивания (зависимость интенсивности

термолюминесцентного свечения 9 от температуры нагрева детектора 1), определения значения светосуммы указанной кривой и оценки поглощенной дозы по полученному значению светосуммы. Оценка поглощенной дозы может быть произведена также по интенсивности пика кривой термовысвечивания.

Для управления нагревом детектора 1 используется блок управления (на чертеже не показан), входы-выходы которого соединены с устройством регулировки мощности блока 2 нагрева и через соответствующий интерфейс - с микропроцессором или персональным компьютером блока 6 оценки поглощенной дозы. Функцию упомянутого блока управления может осуществлять сам указанный микропроцессор (персональный компьютер).

В ЭВМ блока 6 для оценки поглощенной дозы используются программы управления измерительной системой, регистрации кривых термовысвечивания и математические пакеты, в частности, Excel или Origin.

Устройство работает, а способ определения поглощенной дозы β -излучения в термолюминесцентном детекторе на основе монокристаллического нитрида алюминия осуществляется следующим образом.

Измеряемый образец 1 (детектор 1, фиг.2) перед началом измерений имеет комнатную температуру. Общетеchnическое понятие комнатной температуры включает диапазон температур $20 \div 25^\circ\text{C}$, но может использоваться и диапазон от 17°C до 30°C . Для определения искомого значения поглощенной дозы β -излучения образец 1 при необходимости нагревают до первого выбранного значения температуры, например, 25°C . Первым выбранным значением температуры может быть действующее в помещении значение комнатной температуры. С помощью фильтра 8 из термолюминесцентного свечения 7 этого образца 1 выделяют свечение 9 в ультрафиолетовом диапазоне $340 \div 380$ нм. С помощью блоков 3 и 6 определяют интенсивность термолюминесцентного свечения при установленном значении температуры и строят первую точку искомой кривой термовысвечивания. Далее производят линейный нагрев детектора 1 до следующих значений температуры и через установленные периоды времени (например, 1 с) аналогично строят последующие точки искомой кривой термовысвечивания, пока не будет достигнуто предельное значение температуры образца 1, равное 400°C или более. Нагрев осуществляют со скоростью, выбранной в диапазоне от 0,2 до $10^\circ\text{C}/\text{с}$. При значениях конечной температуры нагрева, меньших 400°C , снижается точность оценки поглощенной дозы. Например, при конечном значении температуры 380°C в расчет не принимается соответствующая часть площади под кривой зависимости интенсивности термолюминесценции от температуры, находящаяся правее значения температуры 340°C (фиг.3).

Данные о времени, прошедшем с начала измерений, температуре образца 1 и интенсивности его термолюминесцентного свечения 9, получаемые при помощи описанного устройства, записывают в файл данных. Файл данных обрабатывают математическим пакетом, например, типа Excel или Origin. По полученной искомой кривой термовысвечивания определяют искомое значение светосуммы или искомое значение интенсивности пика указанной кривой, по которым производят оценку значения поглощенной образцом 1 искомой дозы β -излучения. Для этого измеряемый образец 1, подготовленный к последующему использованию (освобожденный от полученной ранее поглощенной дозы β -излучения), подвергают воздействию известного эталонного значения дозы β -излучения (порядка $0,01 \div 0,05$ Гр). Затем вышеописанным способом определяют значение эталонной светосуммы или эталонной интенсивности пика кривой термовысвечивания. Искомое значение поглощенной дозы β -излучения образца 1 рассчитывают с помощью блока 6 оценки поглощенной дозы по следующим формулам:

$$D_{\text{иском}} = D_{\text{этал}} \frac{S_{\text{иском}}}{S_{\text{этал}}};$$

или

$$D_{\text{иском}} = D_{\text{этал}} \frac{I_{\text{иском}}}{I_{\text{этал}}},$$

где

$D_{\text{иском}}$ - искомое значение поглощенной дозы β -излучения, Гр;

$D_{\text{этал}}$ - эталонное значение поглощенной дозы β -излучения, устанавливаемое в пределах $0,01 \div 0,05$ Гр;

$S_{\text{иском}}$ - искомое значение светосуммы искомой кривой термовысвечивания, отн. ед.;

$S_{\text{этал}}$ - эталонное значение светосуммы эталонной кривой термовысвечивания, отн. ед.;

$I_{\text{иском}}$ - искомое значение интенсивности пика искомой кривой термовысвечивания, отн. ед.;

$I_{\text{этал}}$ - эталонное значение интенсивности пика эталонной кривой термовысвечивания, отн. ед.

В таблице приведены результаты измерений и оценки поглощенной дозы β -излучения способом с использованием в качестве детектора 1 монокристалла нитрида алюминия AlN при трех значениях тестовой поглощенной дозы (0,0016 Гр, 0,48 Гр и 3,84 Гр). Эталонное значение поглощенной дозы β -излучения было принято равным 0,03 Гр. Тестовые и эталонные значения поглощенной дозы в указанных образцах устанавливались облучением этих образцов при комнатной температуре β -излучением $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ -источника с мощностью дозы в месте расположения образца 0,032 Гр/мин. Скорость нагрева образцов составляла 2°C/с. В качестве результатов применения способов приведены значения погрешностей оценки искомой поглощенной дозы в процентах относительно эталонной поглощенной дозы. Допустимая относительная погрешность оценки искомой поглощенной дозы равна 15% (ГОСТ 8.035-82 «ГСИ. Государственный первичный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений поглощенной дозы и мощности поглощенной дозы бета-излучения»).

Таблица				
Поглощенная доза облучения, Гр	Конечная температура нагрева, °C	Относительная погрешность оценки, %		
		по светосумме	по интенсивности	суммарная погрешность
0,0016	420	2,5	0,2	2,5
0,4800	400	3,0	10,0	10,4
3,84	420	3,8	8,4	9,2

Ниже описаны пронумерованные согласно строкам таблицы (сверху вниз) примеры 1, 2, 3 осуществления предложенного способа определения поглощенной дозы ионизирующего β -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе на основе нитрида алюминия. Суммарная погрешность оценки в таблице определяется как корень из суммы квадратов погрешностей по светосумме и интенсивности, также представленных в таблице.

Пример 1

Поглощенную дозу ионизирующего β -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе 1 на основе монокристаллического нитрида алюминия AlN определяют путем нагрева облученного детектора 1 со скоростью 2°C/с, начиная с комнатной температуры (25°C) и заканчивая температурой 420°C. Измерение интенсивности термолюминесцентного свечения осуществляют только в пределах диапазона длин волн от 340 до 380 нм, при значении искомой поглощенной дозы облученного детектора 1, равной 0,0016 Гр. В результате суммарная погрешность оценки искомой поглощенной дозы составляет 2,5%, то есть является допустимой (менее 15%).

Пример 2

Поглощенную дозу ионизирующего β -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе 1 на основе монокристаллического нитрида алюминия AlN определяют так же, как в примере 1, за исключением нагрева детектора 1 до температуры 400°C, при значении искомой поглощенной дозы облученного детектора 1, равной 0,48 Гр. Суммарная погрешность оценки поглощенной дозы составляет 10,4%, что является допустимым.

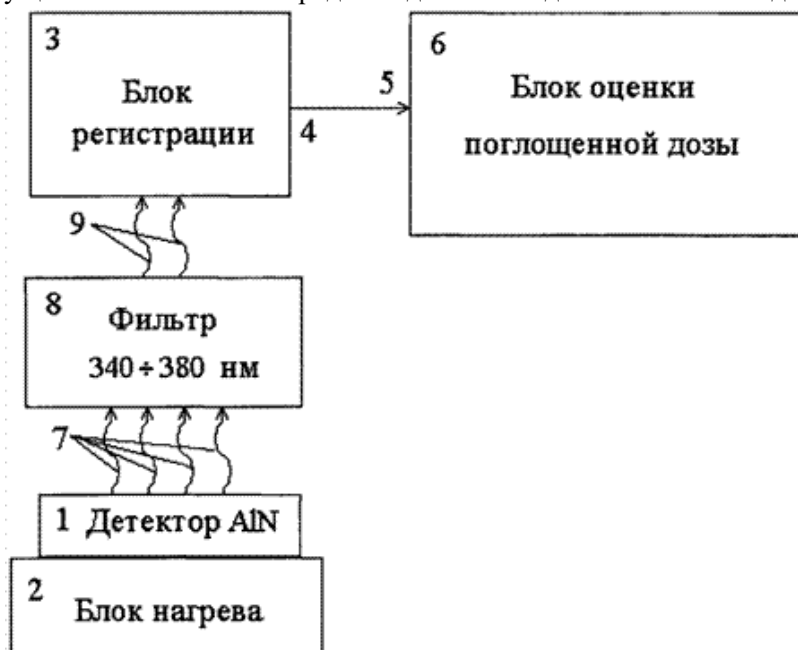
Пример 3

Поглощенную дозу ионизирующего β -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе 1 на основе монокристаллического нитрида алюминия AlN определяют так же, как в примере 1, при значении искомой поглощенной дозы облученного детектора 1, равной 3,84 Гр. Суммарная погрешность оценки искомой поглощенной дозы составляет 9,2% и является допустимой.

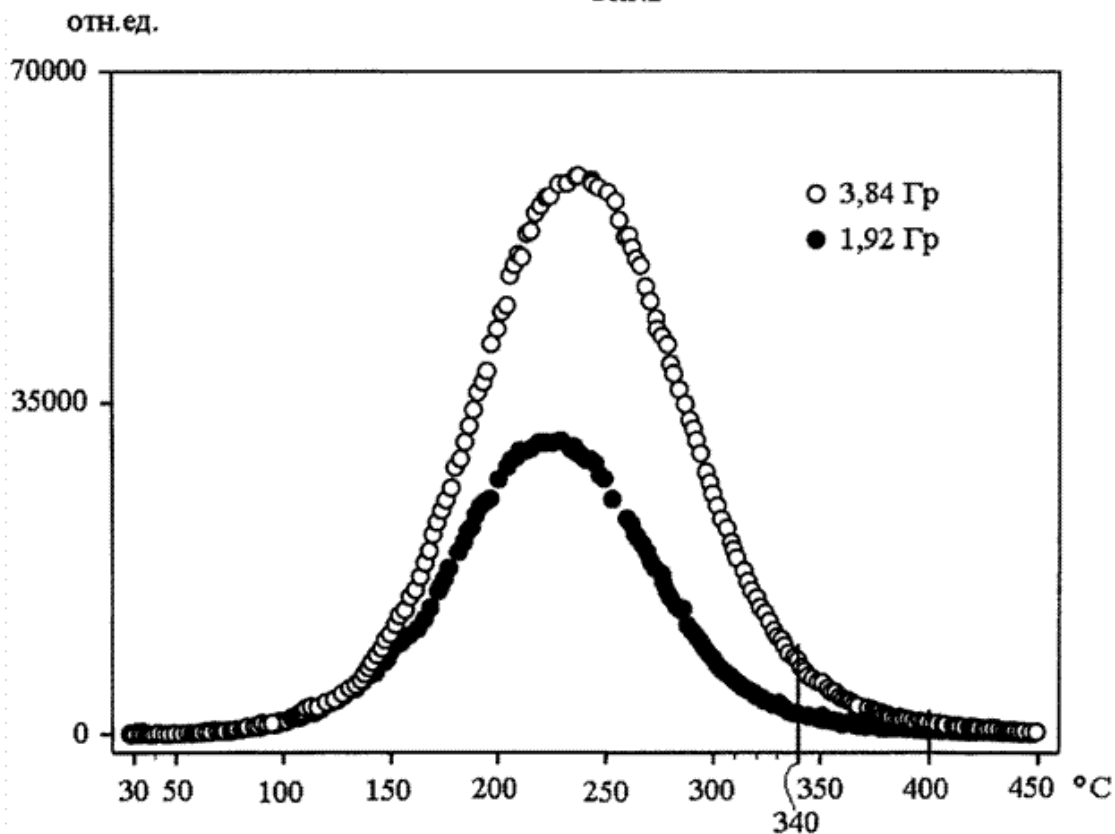
Формула изобретения

Способ определения поглощенной дозы ионизирующего β -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе, включающий нагрев указанного детектора от комнатной температуры с одновременным измерением в процессе нагрева интенсивности термолюминесцентного свечения и последующей оценкой поглощенной дозы по параметрам полученной кривой термовысвечивания,

отличающийся тем, что в качестве твердотельного термолюминесцентного детектора использован монокристаллический нитрид алюминия AlN, нагрев детектора ведут до температуры не менее 400°C, а измерение интенсивности термолюминесцентного свечения осуществляют только в пределах диапазона длин волн от 340 до 380 нм.



Фиг.2



Фиг.3

ИЗВЕЩЕНИЯ

ММ4А Досрочное прекращение действия патента из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Дата прекращения действия патента: **30.07.2013**

Дата публикации: [20.06.2014](#)

